

[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 91101945.6

[45]授权公告日 2001年12月12日

[11]授权公告号 CN 1076104C

[22]申请日 1991.3.29

[21]申请号 91101945.6

[30]优先权

[32]1990.3.30 [33]JP [31]80699/1990

[73]专利权人 佳能株式会社

地址 日本东京都

[72]发明人 神田仁志 山田右介 加藤政吉

后关康秀 三茨村聪

审查员 方慧聪

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事务所

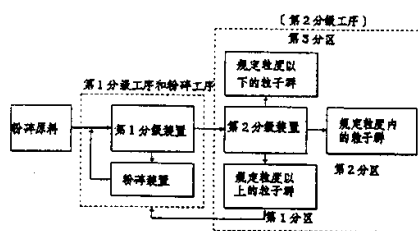
代理人 杨晓光

权利要求书5页 说明书24页 附图页数9页

[54]发明名称 静电显像用调色剂的制造方法及其装置

[57]摘要

根据本发明,将至少含有粘着树脂和着色剂的混合物混合融炼,待混合融炼物冷却后,经粉碎生成固体颗粒群,从粉碎后的颗粒群中经分级得到具有所规定的平均粒径为4—10 μ m的静电显像用调色剂。



ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1. 一种用于生产静电显像用调色剂的方法, 包括:

混合融炼至少包含粘着树脂及着色剂的混合物, 冷却混合融炼物使其固化, 粉碎固化物生成粉碎原料; 生成的粉碎原料送至第一分级装置, 分成粗粉和细粉; 分出的粗粉送入粉碎装置, 粉碎后再循环到第一分级装置中; 分出的细粉送至作为第二分级装置的至少分成三个区域的多分离分级区域, 粒子群在附壁效应的作用下, 沿曲线下降, 在第一分区收集以超过规定粒径的粒子群为主体的粗粉状体, 在第二分区收集以规定粒径范围内的粒子群为主体的中粉状体, 在第三分区收集以规定粒径以下的粒子群为主体的微粉状体; 将分离出的前述粗粉状体循环至前述粉碎装置或前述第一分级装置;

其中在第二分区中收集的中粉状体, 其体积平均粒径是 $4-10 \mu\text{m}$, 并且个数分布的变化系数 A 满足以下条件,

$$20 \leq A \leq 45$$

式中, A 表示中粉状体个数分布的变化系数 $(S/D) \times 100$. 这里的 S 表示中粉粒个数分布的标准偏差, D 表示中粉状体个数平均粒径 μm

设: 单位时间内送入第一分级装置的粉碎原料的重量为 B , 单位时间内送入第二分级装置的细粉的重量为 C , 在第一分区, 单位时间内收集的、循环至粉碎装置或第一分级装置的粗粉重量为 G , 在第二分区, 单位时间收集的中粉状体的重量为 M , 在第三分区单位时间收集的微粉状体重量为 F , 这时, 控制 B, C, F ,

G 和 M 满足下列式子:

$$0.3 \leq B/C \leq 0.8$$

$$0.2 \leq G/C \leq 0.7$$

$$0.8 \leq B/(F+M) \leq 1.2$$

2. 根据权利要求 1 的方法, 其中所述粉碎原料由粒径在 2mm 以下的颗粒构成。

3. 根据权利要求 1 的方法, 其中所述粉碎原料由粒径在 1mm 以下的颗粒构成。

4. 根据权利要求 1 的方法, 其中所述中粉状体的体积平均粒径为 4-9 μm 。

5. 根据权利要求 1 的方法, 其中所述粗粉状体被送入粉碎装置。

6. 根据权利要求 1 的方法, 其中所述粗粉状体和粉碎原料被一同送入第一分级装置。

7. 根据权利要求 1 的方法, 其中所述第一分级装置包括:
 设置在分级器中的粉碎原料输送管和分级室;
 在所述分级室的上部装有一导向室同所述粉料输送管连通;
 在所述导向室和所述分级室之间设置多个导入百叶板, 粉碎原料由空气携带从导向室通过所述各百叶板之间流入分级室;
 一中间高起的倾斜的分级板装在所述分级室的底部;
 沿所述分级室的侧壁装有分级百叶板, 空气通过这些百叶板之间时产生一旋流, 借助该旋流, 所述粉碎原料与携带空气一起被送入分级室, 由离心力分成细粉和粗粉;
 在所述分级板的中央部分装有排出口, 被分离出来的细粉通

过此排出口排出；

与所述排出口相连的细粉排放槽；

沿所述分级板周边形成排出口，排放分离出的粗粉。

8. 根据权利要求 1 的方法，其中所述的粉碎装置是冲击式气流粉碎机。

9. 根据权利要求 8 的方法，其中气流粉碎机包括：

用于在高压气的加速下传送粉料的加速管，粉碎室，利用冲击力粉碎从加速管中喷出的粉粒的冲击室，冲击室装在加速管出口处，加速管上装有粉粒供给口，另一空气进气口设在加速管供给口和出口之间。

10. 根据权利要求 1 的方法，其中第一分级装置包括：

设在分级器中的粉碎原料送料管和分级室；

在分级室的上部装有导向室，同粉料输送管连通；

装在所述导向室和分级室之间的多个导入百叶板，在此，空气携带粉碎原料从导向室通过所述百叶板之间进入分级室；

中间高起的倾斜分级板装在所述分级室的底部；

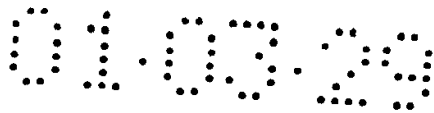
沿所述分级室侧壁装有多级分级百叶板通过分级百叶板的间隙，流入空气产生旋流，借助此旋流，所述粉碎原料与携带空气一起被送入分级室，并由向心力分成粗粉和细粉；

在分级板中部设有排出口，从该排出口排放分出的细粉；

与所述排出口相连的细粉排出槽；

沿所述分级板周边形成的排放口，从该排放口排放分离出的粗粉；

所述粉碎装置是冲击式气流粉碎机，



所述气流粉碎机包括：一借助高压空气加速传送粉粒的加速管，一粉碎室，一借助冲击力粉碎由加速管喷出的粉粒的冲击室，冲击室置于正对加速管的开口处，一粉粒供料口装在加速管上，另一空气进气口装在加速管供料口和出口之间。

11. 一种用于生产静电显像用调色剂的装置，它包括：

第一定量供给装置，用于定量提供粉碎原料；

第一控制装置，用于控制由第一定量供给装置提供的粉碎原料的量；

第一分级装置，具有一分级室，所述第一定量供给装置提供的粉碎原料在此分级成粗粉和细粉；

粉碎装置，用于粉碎由第一分级装置分出的粗粉；

送入装置，用于把由粉碎装置粉碎的粉粒送至第一分级装置；

多分离区分级装置，用于靠附壁效应将第一分级装置分出的细粉至少分成粗粉状体，中粉状体，微粉状体；

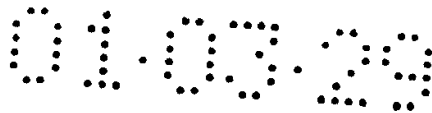
第二定量供给装置，用于将细粉定量供给多分离区分级装置；

检测装置，用于检测留存在第二定量供给装置中的细粉的量；

第二控制装置，用于控制由第二定量供给装置提供的细粉的量；

送入装置，用于高速地向多分离区分级装置传送所述细粉；

供给装置，用于将所述多分离区分级装置分出的粗粉供给所述粉碎装置或第一分级；



微型计算机，用于根据来自所述检测装置输出的信息，控制所述第一控制装置和第二控制装置。

12. 根据权利要求 11 的装置，其中第一分级装置包括：

设置在所述分级器中的粉碎原料送入管和分级室；

装在分级室上部的导向室，同所述粉料送入管连通；

在所述导向室和所述分级室之间设置多个导入百叶板，粉碎原料与携带空气一起从导向室通过这些导入百叶板之间流入分级室；

一中间高起的倾斜的分级板设在所述分级室的底部；

沿所述分级室的侧壁装有分级百叶板，空气通过这些分级百叶板之间产生旋流，借助该旋流，所述粉碎原料与携带空气一起被送入分级室，由离心力分成粗粉和细粉；

在所述分级板的中央部分装有排出口，细粉通过此排出口排出；

与此排出口相连的细粉排放槽；

沿所述分级板周边形成排放口，由此排放分出的粗粉。

13. 根据权利要求 11 的装置，其中的粉碎装置是冲击式气流粉碎机。

14. 根据权利要求 13 的装置，其中气流粉碎机包括：

用于在高压空气的加速下传送粉碎原料的加速管，一粉碎室，一利用冲击力粉碎从加速管中喷出的粉粒的冲击室，冲击室装在正对加速管出口处，加速管上装有粉碎原料供给口，另一空气进气口设在加速管供料口和出口之间。

说 明 书

静电显像用调色剂的制造方法及其装置

本发明涉及通过高效率地粉碎带有粘着树脂的固体颗粒并对其
进行分级处理，得到所要求粒度的静电显像用调色剂的制造方法及其
装置。

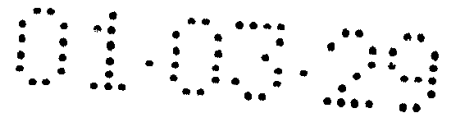
在如静电复印、电子照像、静电印刷等成像方法中，显现静电
影像，通常使用调色剂。

对最终产品细微颗粒的静电显像用调色剂的制造原料之固体颗
粒，进行粉碎和分级，得到最终产品的工序，以往，一般采用如图
6 中的流程图所示的方法。其方法是，将粘着树脂，着色剂(染料，颜
料或磁性体等)以及所规定的材料混合融炼，使其冷却固化后，粉碎，
把粉碎了的固体颗粒作为粉状原料。

粉碎原料被连续地或逐次地供给第一分级装置，将分级后以超
过规定粒度的粗颗粒为主体的粗颗粒群送入粉碎，待粉碎后再次循
环到第一分级。

将其它以在规定颗粒直径范围内的颗粒以及在规定粒径以下的
颗粒为主要成分的粉状体送至第二分级装置，分成以规定粒度的颗
粒群为主成分的中粉状体，和规定粒度以下颗粒群的细粉状体。

例如，为得到体积平均粒径是 $8\mu\text{m}$ ，并且个数分布的变动系
数 A (后叙定义)为 33 的颗粒群，使用具有能除去粗粉的分级机构的
冲击粉碎机或喷射式粉碎机的粉碎手段，将原料粉碎至所规定的平
均粒径，经多次分级，将除去粗粉状体的粉碎物移至另外的分级机，
除去微粉状体，得到所希望的中粉状体。



这里所说的体积平均粒径是使用(考尔德电子设备)公司(美国)制造的型孔径为 $100\mu\text{m}$ 的 TA-II 型测定的数据。

这种以往的方法有这样的问題，在以除去微粉状体为目的的第二分级装置中，因为必须传送完全除去某种规定粒度以上的粗颗粒群，所以粉碎装置的负荷加大，处理量减少。为了完全除去某规定粒度以上的粗颗粒群，必然容易造成过分粉碎，其结果是，容易引起在除去微粉状体的第二分级装置中的回收率下降现象。

以除去微粉状体为目的的第二分级装置存在产生由极微粒子构成的凝集物的现象，将凝集物作为微粉状体除去是很困难的。这种情况下，凝集物混入最终成品，其结果是，很难得到有精细的粒度分布的产品。进而，凝集物在调色剂中离散成极细的微粒，这是造成图像质量下降的原因之一。

用以往的方式即使可以得到具有精确粒度的所希望的制品，其工序也是极繁杂的，同时引起分级回收率下降，生产效率降低，成本上升，这些都是不可避免的。所规定的粒度越小这种现象越明显。

特别是当体积平均粒径在 $10\mu\text{m}$ 以下时，这种现象更加明显。

在特开昭 63-101859 号公报上(对应美国专利 No.4844349)提供的是使用多区分离分级手段作为第一分级手段，粉碎手段以及第二分级手段的调色剂制造方法及其装置。但是，期待得到高效制造体积平均粒径在 $10\mu\text{m}$ 以下的调色剂的方法和装置。

本发明的目的是提供解决在以往的静电显像用调色剂制造方法中存在的前述各种问題的方法。

本发明是提供高效制造静电显像用调色剂的装置。

本发明的另一目的是提供高效生成具有精细粒度分布的静电显像用调色剂的制造方法和装置。



本发明的另一目的是提供具有高效率、高回收率的制造粒子产品(作为调色剂使用)的方法及其装置,这种粒子产品是将含有粘着树脂、着色剂以及添加剂的混合物混合融炼,待混合融炼物冷却后,经粉碎再生成固体粒子群,从此颗粒群中得到具有精细的所规定的粒度分布的粒子制品。

本发明的另一目的是,提供高效制造体积平均粒径为 $4-10\mu\text{m}$ (最好是 $4-9\mu\text{m}$)的静电显像用调色剂的方法及其装置。

本发明的目的是提供一种用于生产静电显像用调色剂的方法,包括:

混合融炼至少含有粘着树脂和着色剂的混合物,使混炼物冷却固化,粉碎固化物生成粉状原料;

将生成的粉状原料送入第一分级装置分成粗粉和细粉;

再将分级后的粗粉送入粉碎装置,粉碎后循环进入第一分级装置;

分级后的细粉送到作为第二分级装置的至少分为三个区域的多分离分级区域,粒子群利用附壁效应,沿曲线下降,在第一分区收集以规定粒径以上的粒子群为主体的粗粉状体,在第二分区收集以规定粒径范围的粒子群为主体的中粉状体,在第三分区收集以规定粒径以下的粒子群为主体的微粉状体;

分级后的前述粗粉状体循环到前述粉碎装置或前述第一分级装置;

其中,在第二分区收集的中粉状体,其体积平均粒径是 $4-10\mu\text{m}$,并且个数分布的变化系数 A 满足以下条件,

$$20 < A < 45$$

(式中, A 表示中粉状体个数分布中的变化系数 $(S/D) \times 100$ 。其

中 S 表示中粉状体个数分布中的标准偏差，D 表示中粉状体个数平均粒径(μm)。

设：单位时间内送入第一分级装置的粉状原料的重量为 B，单位时间内送入第二分级装置的细粉重量为 C，在第一分区中，单位时间内收集的、循环至粉碎装置或第一分级装置的粗粉重量为 G，在第二分区中，单位时间内收集的中粉状体重量为 M，在第三分区中，单位时间内收集的微粉状体的重量为 F。这时应控制重量 B，C，F，G 和 M 满足下列式子。

$$0.3 < \text{重量 B} / \text{重量 C} < 0.8$$

$$0.2 < \text{重量 G} / \text{重量 C} < 0.7$$

$$0.8 < \text{重量 B} / (\text{重量 F} + \text{重量 M}) < 1.2$$

本发明的目的是提供用于生产静电显像用调色剂的装置，包括：

第一定量供给装置，用来定量供给粉状原料；

第一控制装置，用来控制由第一定量供给装置供给的粉状原料的量；

第一分级装置，用来将该第一定量供给装置供给的粉状原料进行分级；

粉碎装置，用来把由第一分级装置分出的粗粉粉碎；

送入装置，用来把由该粉碎装置粉碎了的粉状体送入第一分级装置；

多分离区分级装置，用来把由第一分级装置分离出的细粉，靠附壁效应在至少分成粗粉状体，中粉状体，微粉状体；

第二定量供给装置，用来将细粉定量供给多分离区分级装置；

检测装置，用来检测存于第二定量供给装置中的细粉的量；

第二控制装置，用来控制从第二定量供给装置供给的细粉的

量;

送入装置, 用来高速地将细粉送入多分离区分级装置;

供给装置, 用来将多分离区分级装置分离出的粗粉状体, 供给粉碎装置或第一分级装置;

微计算机, 用来根据检测装置输出的信息, 控制第一控制装置和第二控制装置。

图 1 是说明本发明的制造方法的流程图。

图 2 和图 3 是实施本发明的制造方法的装置的略图。

图 4 和图 5 是实施本发明中多分离区分级装置的一具体实施例的分级装置的断面图和立体图。

图 6 是说明以往的制造方法的流程图。

图 7 是本发明的制造方法及装置中使用的第一分级装置的较理想的一实施例的概略断面图。

图 8 是图 7A - A' 断面图。

图 9 是本发明的制造方法及装置中使用的冲击式气流粉碎机较理想的实施例的概略断面图。

图 10 及图 11, 分别是图 9B - B', C - C' 断面图。

本发明是提供高效制造体积平均粒径在 $4 - 10 \mu\text{m}$ 之间, 并且个数分布的变化系数 A 满足 $20 < A < 45$ 的中粉状体(调色粉)的方法。这里所说的变化系数是表示平均值的标准偏差情况的值, 它越小, 粒度分布越尖锐, 越大, 粒度分布越宽, 也包括表示与粒径相适应的标准偏差情况的尺度。

在使用以除去微粒子群为目的的分级机的粉碎 - 分级方法中, 对于粉碎完的粉状体的粒度, 要求完全除去超过某规定粒度的粗粒

子群。为此，在粉碎过程中需要有超过所需要的粉碎能力，其结果是引起过粉碎现象，招至粉碎效率降低。

这种现象在粉状体粒径越小时越显著，特别是当得到体积平均粒径为 $4-10\mu\text{m}$ 的中粉状体时，效率明显降低。通常为了得到 $10\mu\text{m}$ 以下的微粉状体，所使用的粉碎机是喷射式粉碎机或机械式粉碎机，这样就不得不大幅度降低处理能力。

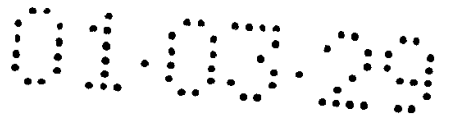
本发明的方法是，靠多分离区分级手段同时除去粗粉和微粉。因此，在粉碎完结时的粉状体粒度中，即使含有一定比例的超出规定粒度的粗颗粒，由于可以用下面的多分离区分级手段高质量的除去，所以受粉碎过程的限制小。可以最大限度地提高粉碎机的粉碎能力，粉碎效率得以提高，过粉碎的现象小。

因此，也可以非常高效率地除去微粉状体，且使分级回收率大大提高。

在本发明中，图 1 中流程图所示的粉碎工序不限于此。例如，对应于一个粉碎装置，第一分级装置也可以有两个，或者粉碎装置，第一分级装置各两个。不论是哪种组合，只要根据所需要的粒径，调色剂粒子的构成材料等，适当地选择粉碎工序，在这种情况下，适当地设定粗粉状体返回粉碎工序中的什么地方即可。作为第二分级手段的多分离区分级机，不只限于图 4 和图 5 所示的形状，采用最适宜于粉碎原料粒子径、所希望的中粉状体粒子径、粉状体的实际比重等的形状即可。

送入第一分级装置的粉碎原料，在 2mm 以下，最好是 1mm 以下。将粉碎原料送入中粉碎工序，粉碎是 $10-100\mu\text{m}$ 的颗粒，可以作为本发明所使用的原料。

在以往的中粉状体、微粉状体分级方式中，由于分级时滞留时

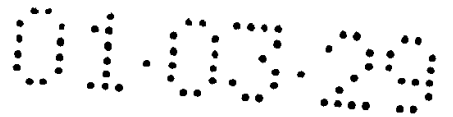


间长，所以容易产生造成显像模糊的微粒子凝集物。产生凝集物后，要从中粉状体中除去它，一般来说是困难的。但是，只要利用本发明的方法，即使凝集物混入粉碎物中，也可以靠附壁效应以及伴随高速移动产生的冲击，使凝集物离散，作为微粉状体而被除去。与此同时，即使有没被离散的凝集物，也在粗粉区被除去，因此可以有效地除去凝集物。

通常，静电显像用调色剂是将苯乙烯树脂、苯乙烯-丙烯酸酯胶树脂、苯乙烯-甲基丙烯酸酯胶树脂、聚酯系树脂等粘着树脂，和着色剂(或者再加磁性材料)、失调防止剂、电荷控制剂等原料混合融炼后，经冷却，粉碎，分级制成。这时，在混合融炼过程中，要得到各原料均匀分布的混融物是困难的。因此，在被粉碎的粉碎物中，总有不合标准的粒子(例如，非着色剂式磁性粒子的物质，或各种原料单个粒子)混在调色剂粒子中。在以往的粉碎分级方法中，粒子在粉碎分级过程中滞留时间长，因此，容易使不符合标准的粒子凝集，同时要除去凝集物也困难。这样一来很容易招至调色剂性能下降。

本发明的方法因为是在粉碎后立即进行三区域分级，所以很难产生前述凝集物，另外，即使有凝集物生成，由于可以将凝集物送到粗粉区中除去，所以可以得到粒子成分均一、并且具有精细的粒度分布的调色剂产品。

由本发明的方法得到的调色剂，调色剂粒子间或调色剂和套管，调色剂和传导管等运载体之间的摩擦带电量是稳定的。因而调色剂极少使显像模糊，和向潜像周边侵蚀，可以得到高图像色度，中间色调的再现性也很好。再者，显像剂经过长时期连续使用也能维持初始特性，可以提供保存时间长的高质量图像。再有，即使



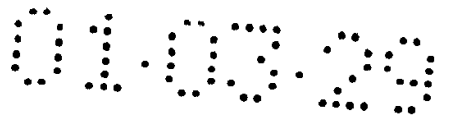
在高温高湿环境中使用，由于极微粒子及其凝集物少，所以显像剂的摩擦带电量稳定，与常温常湿条件下比较，几乎没有变化，因此很少出现显像模糊和图像色度下降现象，可以在潜像中忠实地进行显像。再有，得到的调色像在向纸等复写材料上的复印效率也很高。即使在低温低湿条件下使用，摩擦带电量分布与常温常湿条件下比较也几乎无差别。由于除去了带电量极大的极微粒子，所以没有显像模糊和图像色度下降现象，复印时飞散现象也几乎没有，由本发明的方法得到的调色剂才具有这种特性。

调色剂粒度分布可以由多种方法测定，本发明是采用考尔德计数器测定的。

作为测定装置使用 TA-II 型考尔德计数器(考尔德公司制造)，它与输出个数分布，体积分布的接口(日科机制造)及 CA-1 个人计算机(佳能制造)连接，电解液用一级氯化钠配制成 1%NaCl 水溶液。测定方法是在 100-150ml 前述电解水溶液中加入 0.1-5ml 作为分散剂用的表面活性剂(最好是烷基苯磺酸盐)，然后再加入 2-20mg 的测定试料。将悬浮有试料的电解液在超声波分散器上，进行 1-3 分钟的分散处理，用前述 TA-II 型考尔德计数器，采用 100 μm 的孔径，以个数为基准测定 2-40 μm 的粒子粒度分布，由此求得体积平均粒径和变化系数。

参照附图具体地说明本发明。

图 1 是本发明制造方法的概要流程图之一例。在本发明中，将规定量的粉碎原料供给第一分级装置，在第一分级装置中，将原料分成粗粉和细粉。粗粉被送到粉碎装置粉碎，粉碎后再送到第一分级装置。规定量的细粉被送到第二分级装置，至少被分成微粉状体，中粉状体和粗粉状体。规定量的粗粉状体被送到粉碎装置或第一分



级装置。分离出的中粉状体可以作为调色剂使用，或者，与作为添加剂的疏水性胶态二氧化硅混合后，作为调色剂使用。分离出的微粉状体，一般提供给生产粉碎原料的混合溶炼工序再利用，或者废弃。

在本发明的制造方法中，由于对分级和粉碎条件进行控制，可以高效地生成体积平均粒径是 $4-10\mu\text{m}$ (最好是 $4-9\mu\text{m}$)，个数分布变化系数 A 为 20-45 的小粒径调色剂。

在实施本发明的方法中，重复进行各种检测的结果表明，对高效率地生成小粒径调色剂来说下述各量是非常重要的因素，即：单位时间内送入第一分级装置的粉碎原料的重量 B，单位时间内送到第二分级装置的细粉的重量 C，在第一分区中，单位时间内收集到的循环至粉碎装置或第一分级装置的粗粉状体的重量 G，在第二分区中，单位时间内收集到的中粉状体的重量 M，在第三分区中，单位时间内收集的微粉状体的重量 F。

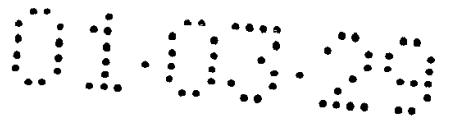
当这些数据之间的关系满足下列式子时，就可以有效的提高中粉状体的生产率。

重量 B 和重量 C 为 $0.3 < \text{重量 B} / \text{重量 C} < 0.8$

重量 C 和重量 G 为 $0.2 < \text{重量 G} / \text{重量 C} < 0.7$

重量 B、重量 F 和重量 M 为 $0.8 < \text{重量 B} / (\text{重量 F} + \text{重量 M}) < 1.2$

为了提高小粒径中粉状体的生产率，若以第二分级装置中分离出来的粗粉量为依据时，则当从第二分级装置中分离出的粗粉多时，返回粉碎装置的粉粒的量就要增加，粉碎的负荷也就随之增加。若粗粉量过少，就要严格规定在粉碎工序中粗粉的量，以减少粉碎装置的处理量。为了得到最佳效率，经周密探讨的结果，当重量 C 和重量 G 满足 $0.2 < \text{重量 G} / \text{重量 C} < 0.7$ 时，就可以提高粗粉及粗



粉状体的粉碎效率，以及提高从第二分级装置中产生的中粉状体的分级回收度。

在上述粉碎和分级环节中，重要的是要取得单位时间内投入第一分级装置的粉碎原料的重量 B ，和单位时间从系统中取出的中粉状体的重量 M ，以及单位时间内收集的微粉状体的重量 F 之间的平衡。在实施本发明的方法时，如上所述。

重量 B 和重量 C 之间的关系满足 $0.3 \leq \text{重量 } B / \text{重量 } C \leq 0.8$ 重量 B 、重量 F 和重量 M 之间的关系满足 $0.8 \leq \text{重量 } B / (\text{重量 } F + \text{重量 } M) \leq 1.2$

实际上，用本发明的方法制造调色剂时，在第二分级装置中，根据分离出的粗粉状体的量，决定重量 B 和重量 C ，以满足上述关系式即可。这样一来，在图 1 所示流程内的粉碎工序和分级工序间的平衡很好，粉碎、分级工序的效率上升，可以稳定地生产。具体地说，对应于投入的粉碎原料最终得到的中粉状的量(分级回收率)增加了。

在本发明中，图 1 之流程图所示的粉碎工序不限于此。例如，对应于一个粉碎装置也可以有两个第一分级装置，或者，粉碎装置，第一分级装置各有两个以上均可。无论哪种构成，根据所希望的粒径、材料等适当地设定粉碎工序即可。这时，恰当设定返回到粉碎工序中的粗粉状体返回到什么地方就行了。

图 2 所示的装置的构成如下，第一定量供给机 2，用来提供规定量的粉碎原料；第一控制装置 33，用来控制第一定量供给机 2 的开关(on - off)动作和运转状态；传送装置 48，用来传送粉碎原料；第一分级机 9，用来将粉碎原料分级；旋风集料筒 7，用来收集分离出的细粉；第二定量供给机 10；检测装置 34，用来检测存留在第二

定量供给装置 10 中的细粉的量；第二控制装置 35，用来控制第二定量供给机 10 的开关(on - off)动作及(或)运转状态；振动加料器 3；多分离区分级机 1；旋风集料筒 4，用来收集由多分离区分级机 1 分离的中粉状体；旋风集料筒 5，用来收集由多分离区分级机 1 分离的微粉状体；旋风集料筒 6，用来收集由多分离区分级机 1 分离的粗粉状体；微计算机 36，用来根据来自检测装置 34 的信息，控制第一控制装置和第二控制装置。

在这种装置中，作为调色剂粉碎原料，经第一定量供给机 2，送入第一分级机 9 中，其中分离出的细粉，经过旋风集料筒 7，送至第二定量供给机 10，接着，经过振动加料器 3，并经过细粉供给喷咀 16 送至多分离区分级机 1 中。在第一分级机 9 中分离出的粗粉，被送至粉碎机 8，粉碎后，与新投入的粉碎原料一起，再次被送至第一分级机 9 中。

第一分级机使用的是气流分级机。例如，日本空气动力工业公司制造的 DS 型分级机，细川精密公司制造的精密分离器。

最好是使用图 7 和图 8 所示的气流分级机，因为它可以有效地提高粗粉和细粉的分级精度。

图 7 中，701 表示筒形主机壳体，702 表示下部的壳体。其下端连接着排出粗粉用的漏斗 703。在主机壳体 701 内，形成分级室 704，该分级室 704 的上端被安装于主机壳体 701 上端的环形导向室 705 和中央部分高起的圆锥形(伞形)上盖 706 封闭。

在分级室 704 和导向室 705 之间的隔墙上，沿圆周方向设有许多百叶板 707，使得送入导向室 705 的粉碎原料和空气从各百叶板 707 之间旋转流入分级室 704。

在主机壳体 701 下端，沿圆周方向设置分级百叶板 709，使形



成旋流的分级空气，通过分级百叶板 709，从外部流入分级室 704。

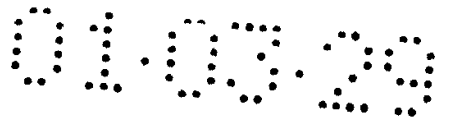
在分级室 704 的底部设置中间部分高起的圆锥形(伞形)分级板 710；在该分级板 710 的周边形成粗粉排出口 711。分级板 710 的中间部分连接着带有细粉排出口 713 的细粉排出槽 712，该细粉排出槽 712 的下端弯曲成 L 形，该弯曲部分的端头设置在下壳体 702 侧壁的外侧。再者，该槽通过旋风集料筒那样的细料收集装置，连接在吸引风扇上，由该吸引风扇在分级室 704 内产生吸引力，借助从所述各分级百叶板 709 之间流入分级室 704 的吸引空气，形成所需要的分级用旋转气流。

第一分级机使用的气流分级机，由上述结构构成。当从供给筒 708 向导向室 705 输入含有粉状材料(这种粉状材料是由冲击式气流粉碎机粉碎了的粉状材料和粉碎用的空气以及新提供的粉碎原料构成)的空气时，这股含有粉状材料的空气从导向室 705 通过各百叶板 707 之间，向分级室 704 旋转流入的同时，分散成同一浓度。

旋转着流入分级室的粉状材料，借助通过旋风集料筒连接在细粉排出槽 712 上的吸引风扇，增加从分级室下端的分级百叶板 709 之间流入的携带粉状材料的吸引气流的旋转速度，由作用在各粒子上的离心力，使粗粉和细粉分离，在分级室 704 内的外周连部分旋转的粗粉，从粗粉排出口 711 排出，然后从下端漏斗 703 排出后，再次供给冲击式气流粉碎机。

沿着分级板 710 上端倾斜面向中央部分移动的细粉，由细粉排出槽 712，排放到旋风集料筒那样的细粉回收装置后，送到第二分级装置。

因为与粉状材料同时流入分级室 704 内的空气形成旋流，所以在分级室内旋转的粒子在中心方向的速度与相应的离心力比相对地



小，因而分级室 704 可以对小直径的粒子进行很有效的分级，将粒子直径小的细粉从细粉排出槽 712 排出。而且，因为粉状材料是以大致均一的浓度流入分级室的，所以可以得到精细分布的粉状体。

粉碎机 8 可以使用如冲击式粉碎机和喷射式粉碎机之类的粉碎装置。作为冲击式粉碎机，可以列举涡轮工业公司制造的涡轮粉碎机等，利用喷射作用的粉碎机，可以列举日本空气动力工业公司制造的超声波喷射粉碎机 PJM-I，细川精密公司制造的精密喷射器等。

最好是使用图 9 和图 10 所示的冲击式气流粉碎机，它能有效的提高粉碎率和抑制粉碎机内粉状体的凝集。

在图 9 中，冲击式气流粉碎机具有：加速管 932，用来借助于供给喷嘴 933 喷出的高压气体，加速传送粉状体；粉碎室 935；冲击部件 936，用来使从加速管喷出的粉状体在冲击部件上靠冲击力粉碎，将该冲击部件设置在粉碎室内正对加速管出口 934 的位置上。特别是冲击部件 936 的冲击面 937 的前端部分的顶角，大于 110° 而小于 180° (最好是 $110^\circ - 175^\circ$) 若为 120° 至 170° 就更好了) 的呈锥体形状的冲击式气流粉碎机，在粉碎效率和防止粉碎机内的二次凝集方面是很理想的。更理想的冲击式气流粉碎机，是在前述加速管上设置被粉碎物 945 的供给口 931，在被粉碎物供给口和加速管之间设置二次空气导入口 941。用二次导入空气参与粉碎是很有效的。

冲击后，粉碎物如图 10 所示，向四面散开，从排出口 939 排出，送至第一分级装置。

当分级后的粉粒的实际比重约为 0.5 - 2.0(最好是 0.6 - 1.8)时，分级效率好。



作为提供第二分级手段的前述多分离分级区域的装置，如图 4(断面图)及图 5(立体图)所示的多分离区分级机就是一具体的实例。在图 4 及图 5 中，22, 24 表示的是侧壁的形状，25 表示的是底部形状，在侧壁 23 和底部 25 上，分别设有刀口形的分级刃口 17、18，由此分级刃口 17, 18 划分出三个分级区段。在侧壁 22 的底部，设有原料供给喷咀 16，其开口设在分级室，对应于该喷咀底部连线的延长方向设置向下方弯曲，并连成长椭圆弧形的附壁区段 26。在分级室上部壁面 27 上装有向着分级室下部的刀形进气刃口 19，再有，在分级室上端部分，设有向着分级室的进气管 14, 15。在进气管 14, 15 上设有如调节风门那样的第一导入气体调节装置 20，第二导入气体调节装置 21 以及静压计 28, 29。分级刃口 17, 18 以及进气刃口 19 的位置，随着细粉种类和所希望的粒径的不相同而异。在分级室底面上，对应于各划分区域，设置开口设在室内的排出口 11, 12, 13。在排出口 11, 12, 13 上，分别设置象阀门那样的开关装置即可。

重量 F, 重量 G 以及重量 M 的调节，可以通过调节分级刃口 17, 18 的角度，进气刃口 19 的角度以及调节装置 20, 21 来调节从细粉供给喷咀 16 供给的细粉量，从而达到目的。

细粉供给喷咀 16 由截面呈矩形的筒和棱锥形筒两部分组成，若矩形筒部分的内径和棱锥形筒部分的最狭处内径的比设定在 20:1 至 1:1，就可以得到良好的导入速度。

具有以上构成的多分离分级区域的分级操作，可以如下进行。通过排出口 11, 12, 13 中的至少 1 个，减小分级区域内的压力，在开口开在分级区域内的原料供给喷咀 16 中流动的气体，由于上述压力的减小，以流速为 50 至 300m/s，通过细粉供给喷咀 16，向分级区域提供细粉。



当以不到 50m/s 的流速向分级区域提供细粉时，细粉的凝集很难充分的散开，容易引起分级回收率及分级精度降低。当流速超过 300m/s 向分级区域提供细粉时，由于粒子之间的撞击，粒子很容易粉碎，容易生成微粒子，所以有引起分级回收率下降的趋势。

供给的细粉，由于附壁效应，在附壁区段 26 的作用下，以及在这时流入的空气的作用下，沿图中描绘的曲线 30 移动，按照各自粒径的大小及重量大小，进行分级处理。若粒子的比重相同，则大颗粒(粗粉状体)分离在气流外侧(即分级刃口 18 左侧的第一分区)，中粉状体(规定粒径范围内的粒子)被分离在分级刃口 18 和 17 之间的第二分区，微粉状体(规定粒径以下的粒子)被分离在分级刃口 17 左侧的第三分区。分离出的粗粉状体从排出口 11 排出，中粉状体从排出口 12 排出，微粉状体从排出口 13 排出。

关于将细粉导入分级区域的方法，有这样几种，即利用旋风式集料筒的吸引力吸引导入细粉的方法；在细粉供给喷咀上设置象喷射器那样的空气运送装置，靠旋风集料筒的吸引力和喷射出的压缩空气的力量，将细粉导入的方法；或加压式导入等方法。使用吸引导入式喷射导入这样的空气运送装置的导入方法比起加压式导入方法，由于前者不要求装置的密闭性，所以是比较理想的方法。

在细粉供给喷咀部分安装喷射器 47 的装置的例子如图 3 所示。作为第二分级机的多分离区分级机，可以列举使用如日铁矿业公司制造的弯管喷射机，它具有附壁区段，利用附壁效应作为分级手段。

构成多分离区分级机 1 的分级区域的大小，通常是(10 - 50cm) × (10 - 50cm)，细粉在 0.1 - 0.01 秒之内，就可以分成 3 种以上的粒子群。当多分离区分级机/分成 3 个区域时，细粉被多分离区分级机

1 分成粗粉状体(超过规定粒径的粒子)、中粉状体(规定粒径内的粒子)、微粉状体(规定粒径以下的粒子)。此后,粗粉状体通过排出管 11, 经过旋风式集料筒 6, 返回到粉碎机 8。

粗粉状体也可以返回到第一分级机 9 或第一定量供给机 2。为了减轻第一分级机 9 的负荷, 由粉碎机 8 进行充分的粉碎, 最好使粗粉状体直接返回粉碎机 8。

中粉状体通过排出导管 12 排出列系统外, 由旋风集料筒 5 收集起来, 就可以作为调色剂制品 51 回收。微粉状体通过排出导管 13 排到机外, 由旋风集料筒 4 收集, 随后作为超标准的微小粉 41 回收。旋风集料筒 4, 5, 6 还起到了吸引减压装置的作用, 以便将喷嘴 16 送出的细粉吸引导入到分级区域。

调整单位时间内的重量 B, 主要是通过下述调整来实现, 即, 调整由第一定量供给机 2 供给的粉碎原料的量, 调整第一分级机 9 对粗粉和细粉的分级条件, 以及从多分离区分级机 1 分离出的粗粉的重量 G。

调整单位时间内的重量 C, 主要是通过调整重量 B, 以及从第一分级机 9 分离出的细粉和粗粉的量来实现。

调整单位时间内的重量 F, 重量 G 和重量 M, 主要是通过调整多分离区分级机 1 的分级条件, 以及由第二定量供给机 10 供给的细粉的量来实现。

在本发明中, 为了精确控制分级-粉碎装置内的粉状体的量, 并且, 为了在规定条件下维持重量 B, 重量 C, 重量 F, 重量 G 以及重量 M 之间的良好的相互关系, 最好具有第一控制装置 33, 用来使第一定量供给机 2 运转或停止, 来控制单位时间内的重量 B。第一控制装置 33, 具有通过控制第一定量供给机 2 的动作状态。来直

接改变单位时间内的重量 B 的控制功能即可。另外，在第二定量供给机 10 上。装有检测细粉存有量的象位面检测器那样的检测装置 34，并且还装有控制第二定量供给机的动作状态的第二控制装置 35。还装备有微计算机，它根据来自检测装置 34 的信息，向第一控制装置 33 和第二控制装置 35 发出控制信号。

因此，可在规定的范围内，很好保持各部位之间粉状体的量的稳定平衡。

以下根据实施例详细地说明本发明。

有关实施例和比较例中的粒度分布的数据，是用前述的考尔德计数器测定的。

实施例 1

苯乙烯丙烯酸丁酯和二乙烯基苯 的聚合物(单基物聚合重量比 80.0/19.0/1.0 Mw35 万)	100 份
磁性氧化铁(平均粒径 $0.18\ \mu\text{m}$)	100 份
苯胺黑	2 份
低分子乙烯丙烯聚合物	4 份

用混合机将上述材料充分混合后，在 150°C 的条件下，在 2 轴混合挤压机内混合融炼。将得到的混合融炼物冷却，用切削粉碎机粗粉碎至 1mm 以下，得到粉碎原料。

把得到的粉碎原料送到图 2 所示粉碎-分级装置中，进行粉碎及分级。

将得到的粉碎原料投入定量供给机 2 中，以每小时 40kg 的量 B，导入到第一分级机 9(日本空气动力工业公司制造的气流分级机 DS-10UR)，分离出的粗粉在粉碎机 8(日本空气动力工业公司制造

的超声波喷射粉碎机 PJMI-10)中粉碎,粉碎后循环至第一分级机。测定出在第一分级机中分离出的细粉的粒度分布,其平均直径是 $9\mu\text{m}$ 。把得到的这种细粉投入到定量供给机 10,经过振动送料器 3 和喷咀 16,以每小时 80kg 的量 C 投入到如图 4,图 5 所示的多分离区分级机 1 中,在多分离区分级机 1 中,利用附壁效应,分成粗粉,中粉,微粉 3 种粉状体。作为多分离区分级机 1,使用的是弯管喷射机 EJ-30-3 型(日铁矿业制造)。

在导入细粉时,由于连接在排出口 11,12,13 上的旋风集料筒 4,5 和 6 产生吸引减压作用,使机内减压,因而派生出吸入力,从而将细粉导入到供给喷咀 16 中。

导入的细粉在 0.01 秒以内完成分级。分离出的粗粉,由旋风集料筒 6 收集后,再次送入粉碎机 8 中。

本装置在正常状态下,设定分离出的粗粉量 G 为每小时 40kg。分离出的中粉状体的体积平均粒径是 $6.7\mu\text{m}$,变化系数 A 为 31.4,作为调色剂使用比较理想。中粉状体每小时可以得到 34kg(M)。分离出的微粉状体每小时可以得到 6kg(F)。

B, C, F, G 和 M 具有以下关系。

$$B/C=0.5$$

$$G/C=0.5$$

$$B/(F+M)=1.0$$

这种情况下,最终得到的中粉体(制品)的量和投入的全部粉碎原料的比率(即,分级回收率)是 85%。在显微镜下观察所得到的中粉状体,完全看不到由极微细粒子凝集成的 $4\mu\text{m}$ 以上的凝集物。

实施例 2

原料中只是磁性氧化铁改用 80 份, 其它与实施例 1 相同, 将得到粉碎原料, 在如图 2 所示的粉碎-分级装置中分级。

设定单位时间送入第一分级机的粉碎原料的重量 B 为 50kg. 从第一分级机分离出的细粉的体积平均直径是 $10.0\ \mu\text{m}$.

单位时间内送入第二分级装置的细粉的重量 C 为 83kg, 单位时间内分离出的粗粉的重量 G 为 33kg.

分离出的中粉状的体积平均粒径为 $8.2\ \mu\text{m}$, 变动系数 A 为 34.1, 作为调色剂使用比较理想。

分离出的中粉状体是每小时 44kg(M). 分离出的微粉体是每小时 6kg(F).

B, C, F, G 和 M 具有以下关系。

$$B/C=0.6$$

$$G/C=0.4$$

$$B/(F+M)=1.0$$

这种情况下, 最终得到的中粉状体的量和投入的全部粉碎原料的比率为 88%。

在显微镜下观察所得到的中粉状体, 确实看不到由极微细粒子凝集成的 $4\ \mu\text{m}$ 以上的凝集物。

实施例 3

以和实施例 1 同样的方法得到的粉碎原料, 在如图 3 所示的粉碎-分级装置中分级。

设定单位时间内投入第一分级机的粉碎原料的量 B 为 30kg. 从第一分级机中分离出的细粉的体积平均粒径为 $7.0\ \mu\text{m}$.

单位时间内送入第二分级机的细粉的量 C 是 75kg, 单位时间

内分离出的粗粉的量 G 是 45kg.

在送入上述细粉时, 是利用由连接在排出口 11, 12, 13 上的旋购集料筒 4, 5 和 6 所产生的吸引减压作用, 在机内因减压而产生引力, 以及安装利用在原料供给喷咀上的喷射器产生的压缩空气.

分离出的中粉状体的体积平均粒径是 $5.4\mu\text{m}$, 变动系数 A 是 27.0, 这种粉状体可作为理想的调色剂使用. 每小时可以得到分离出的中粉状体 24kg(M), 微粉状体 6.0kg(F).

B, C, F, G 和 M 具有以下关系.

$$B/C=0.4$$

$$G/C=0.6$$

$$B/(F+M)=1.0$$

这种情况下, 得到的最终产品 -- 中粉状体和投入的全部粉碎原料的比率是 80%.

对比例 1

以和实施例 1 同样的方法得到的粉碎原料, 在如图 6 所示的那种构成的分级粉碎装置中分级. 以每小时 24kg 的量, 向第一分级机(日本空气动力公司制造的气流分级机 DS-10UR)投入粉碎原料, 分离出的粗粉用日本空气动力工业公司制造的超声波喷气粉碎机 PJM-I-10 粉碎, 粉碎后的粉状体循环至第一分级机. 从第一分级机分离出的细粉的粒度分布, 经测定, 其体积平均粒径为 $6.3\mu\text{m}$.

得到的细粉送至第二分级机(日本空气动力工业公司制造的气流分级机 DS-5UR), 分离成中粉状体和微粉状体. 得到的中粉状体的粒度分布是, 体积平均粒径为 $6.8\mu\text{m}$, 变化系数 A 为 34.4, 每

小时可以收集到 14.4kg。微粉状体每小时可以收集到 9.6kg。分级回收率是 60%。

与实施例 1 比较,得到的中粉状体的粒度分布宽,单位时间内得到的中粉状体量少,生产率低下。

对比例 2

以和实施例 2 同样的方法得到的粉碎原料,在如图 6 所示的分级-粉碎装置中分级。

设定投入第一分级机的单位时间内的粉碎原料为 30kg,从第一分级机分离出的细粉的体积平均粒径是 $7.5\mu\text{m}$ 。

将得到的这种细粉送至第二分级机(DS - 5UR),分成中粉状体和微粉状体。得到的中粉状体的粒度分布是,体积平均粒径为 $8.1\mu\text{m}$,变化系数 A 为 39.4,每小时可以收集 20kg。每小时可以得到 10kg 微粉状体。分级回收率是 67%。

与实施例 2 比较,得到的中粉状体的粒度分布宽,单位时间内得到中粉状体的量少,生产率低下。

对比例 3

以和实施例 1 同样的方法得到的粉碎原料,在如图 6 所示的分级-粉碎装置中分级。

以每小时 12kg 的量向第一分级机(日本空气动力工业公司制造的气流分级机 DS - 10UR)投入粉碎原料,用粉碎机(日本空气动力工业公司制造的超声波喷射粉碎机 PJM - I - 10)粉碎分离出的粗粉,粉碎后的粉状体循环至第一分级机。从第一分级机分离出的细粉的粒度分布,经测定体积平均粒径为 $5.2\mu\text{m}$ 。

得到的细粉被送入第二分级机，分成中粉状体和微粉状体。得到的中粉状体的粒度分布是，体积平均粒径为 $5.5\mu\text{m}$ ，变动系数 A 是 34.0。每小时可以得到 6.6kg。每小时可以得到 5.4kg 微粉状体。分级回收率是 55%。

与实施例 3 比较，得到的中粉状体的粒度分布非常宽。单位时间内得到的中粉状体的量极少生产率显著下降。这样看来，粒径越小本发明的效果也就越显著。

对比例 4

设：重量 B/重量 C=0.89，重量 G/重量 C=0.11，其它同实施例 1，进行分级及粉碎。结果见表 1。

对比例 5

设：重量 B/重量 C=0.2，重量 G/重量 C=0.8，其它同实施例 1，进行分级及粉碎。结果见表 1。

对比例 6

设：重量 B/重量 C=0.94，重量 G/重量 C=0.06，其它同实施例 2，进行分级及粉碎。结果见表 1。

对比例 7

设：重量 B/重量 C=0.2，重量 G/重量 C=0.8，其它同实施例 3，进行分级及粉碎。结果见表 1。

表 1

	体积平均 粒径 (μm)	变化系数 A	B/C	G/C	13/(F+M)	分级 回收率%	单位时间内中粉状 体 M 回收量 (kg/hr)
实施例 1	6.7	31.4	0.5	0.5	1.0	85	34.0
实施例 2	8.2	34.1	0.6	0.4	1.0	88	44.0
实施例 3	5.4	27.0	0.4	0.6	1.0	80	24.0
对比例 1	6.8	34.4	-	-	-	60	14.4
对比例 2	8.1	39.4	-	-	-	67	20.0
对比例 3	5.5	34.0	-	-	-	55	6.6
对比例 4	6.7	33.0	0.89	0.11	1.0	70	28.0
对比例 5	6.8	32.5	0.2	0.8	1.0	65	26.0
对比例 6	8.1	36.0	0.94	0.06	1.0	74	37.0
对比例 7	5.6	28.5	0.2	0.8	1.0	65	19.5

实施例 4

作为第一分级机 9，使用如图 7 所示的气流分级机，再有作为冲击式气流粉碎机，使用如图 9 所示的冲击式气流粉碎机（冲击部件的冲击面为 160° 的圆锥状面，并且有二次空气进气口），其它与第 1 实施例相同，进行分级及粉碎。

在冲击式气流粉碎机中，从压缩空气供给喷咀，以 $4.6\text{m}^3/\text{min}(6\text{kgf}/\text{cm}^2)$ 的量供给压缩空气，二次空气，从图 11 中的 F, G, H, J, L, M 六处，各以 $0.05\text{m}^3/\text{min}(5.5\text{kgf}/\text{cm}^2)$ 的量喷入，粉碎原料。结果见表 2。

实施例 5

作为冲击式气流粉碎机，使用如图 9 所示的冲击式气流粉碎机（冲击部件的冲击面为 160° 的圆锥状，并且有二次空气进气口），其它与实施例 1 相同，进行分级及粉碎。

从压缩空气供气咀进入冲击式气流粉碎机的空气量是 $4.6\text{m}^3/\text{min}(6\text{kgf}/\text{cm}^2)$ ，二次空气从图 11 中的 F, G, H, J, L, M 六处，各以 $0.05\text{m}^3/\text{min}$ 的量喷入，粉碎原料。其结果见表 2。

表 2

	体积平均 粒径 (μm)	变化系数 A	B/C	G/C	B/(F+M)	分级回收 率%	单位时间内中粉 状体 M 回收量 (kg/hr)
实施例 4	6.7	30.5	0.5	0.5	1.0	88	53
实施例 5	6.8	31.2	0.48	0.52	1.0	86	50

从以上的说明可以看出，使用本发明的调色剂制造方法及其装置，与以往的方法相比，可以以低成本制造出具有能使图色度高而稳定，耐久性好，无模糊及无清理不良等图像缺陷的、所规定粒度的静电显像用调色剂。在生产小粒径的静电显像用调色剂时更为有效。

图1

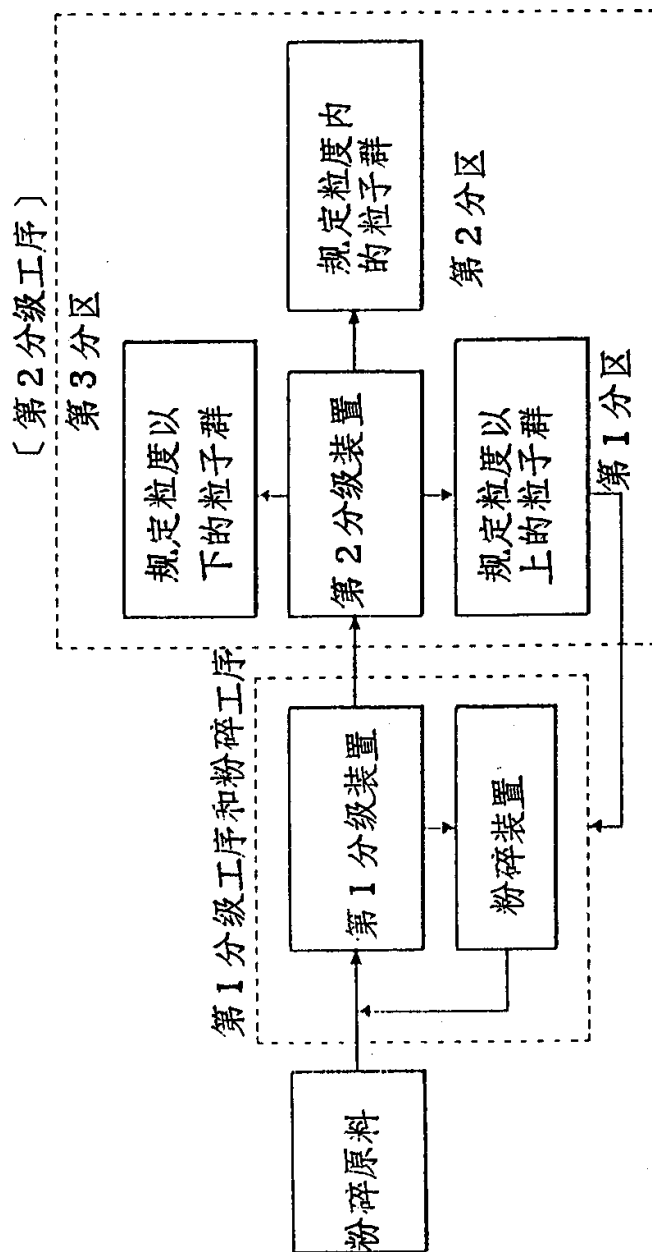


图 3

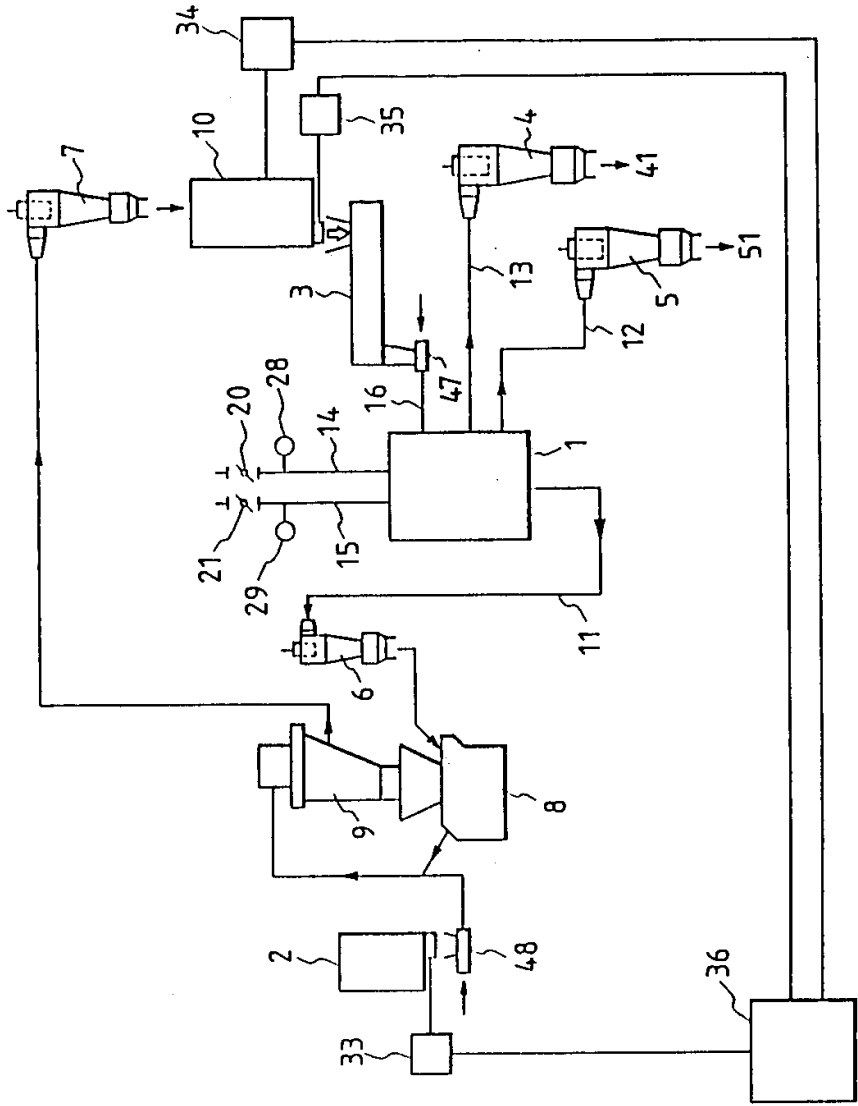


图 4

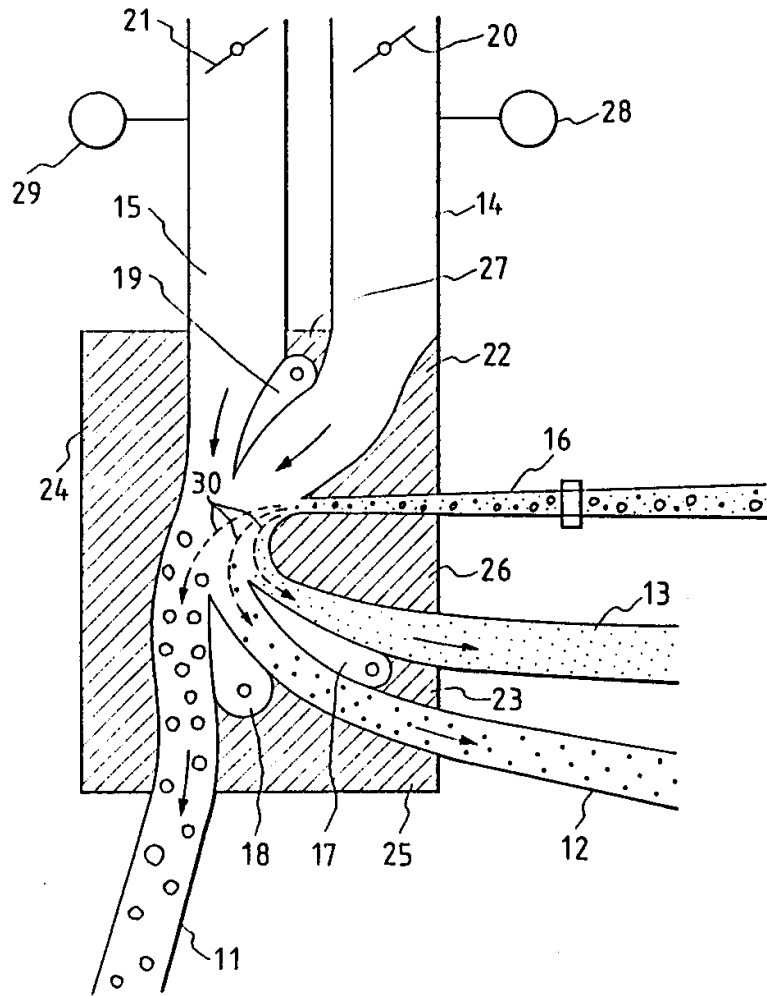


图 5

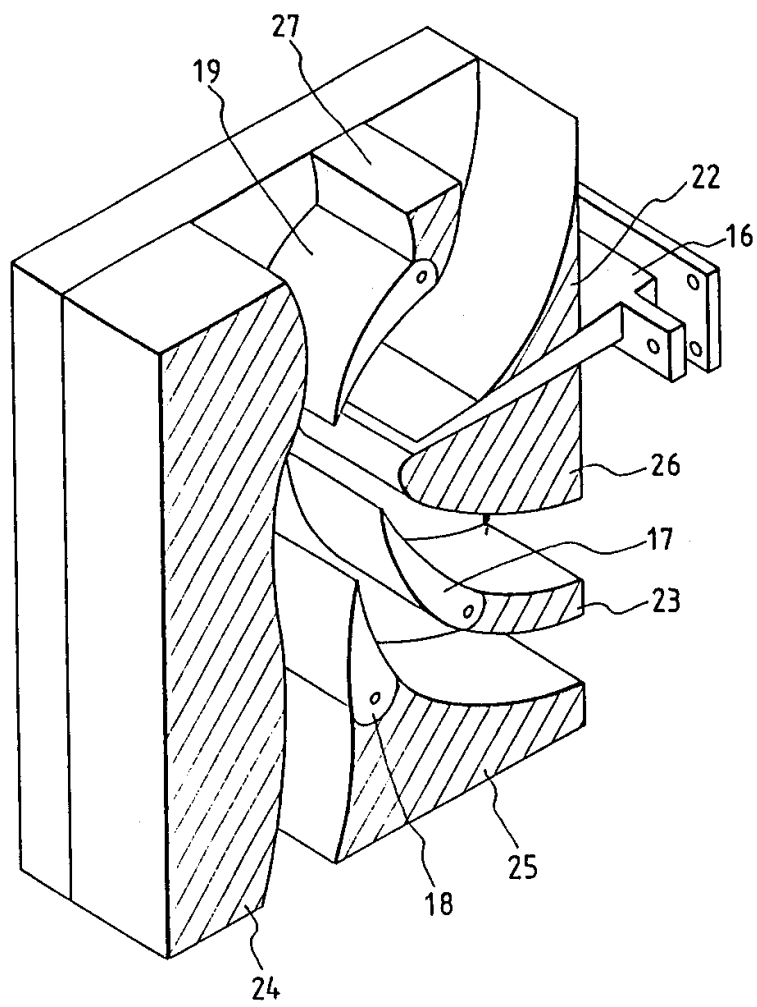
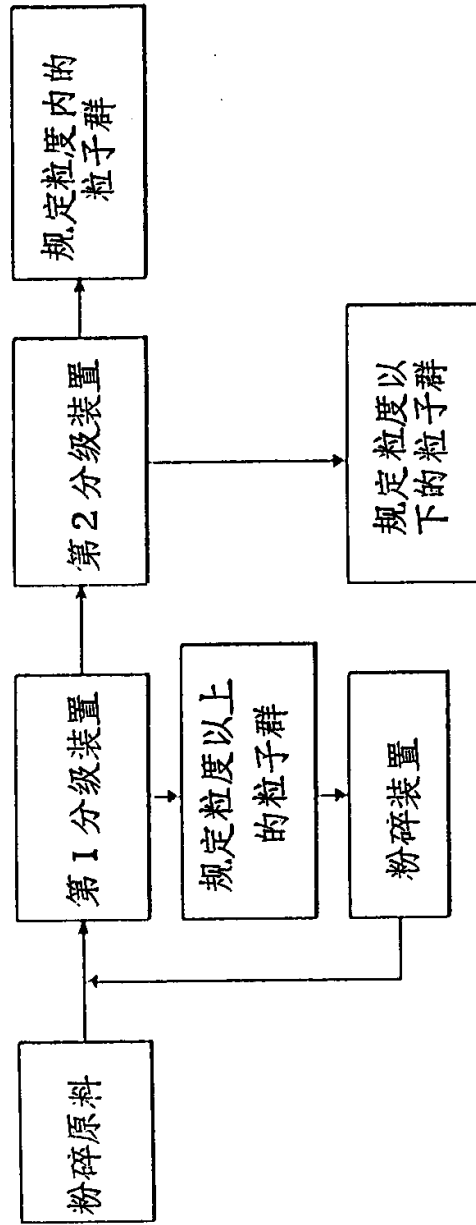


图6



(现有技术)

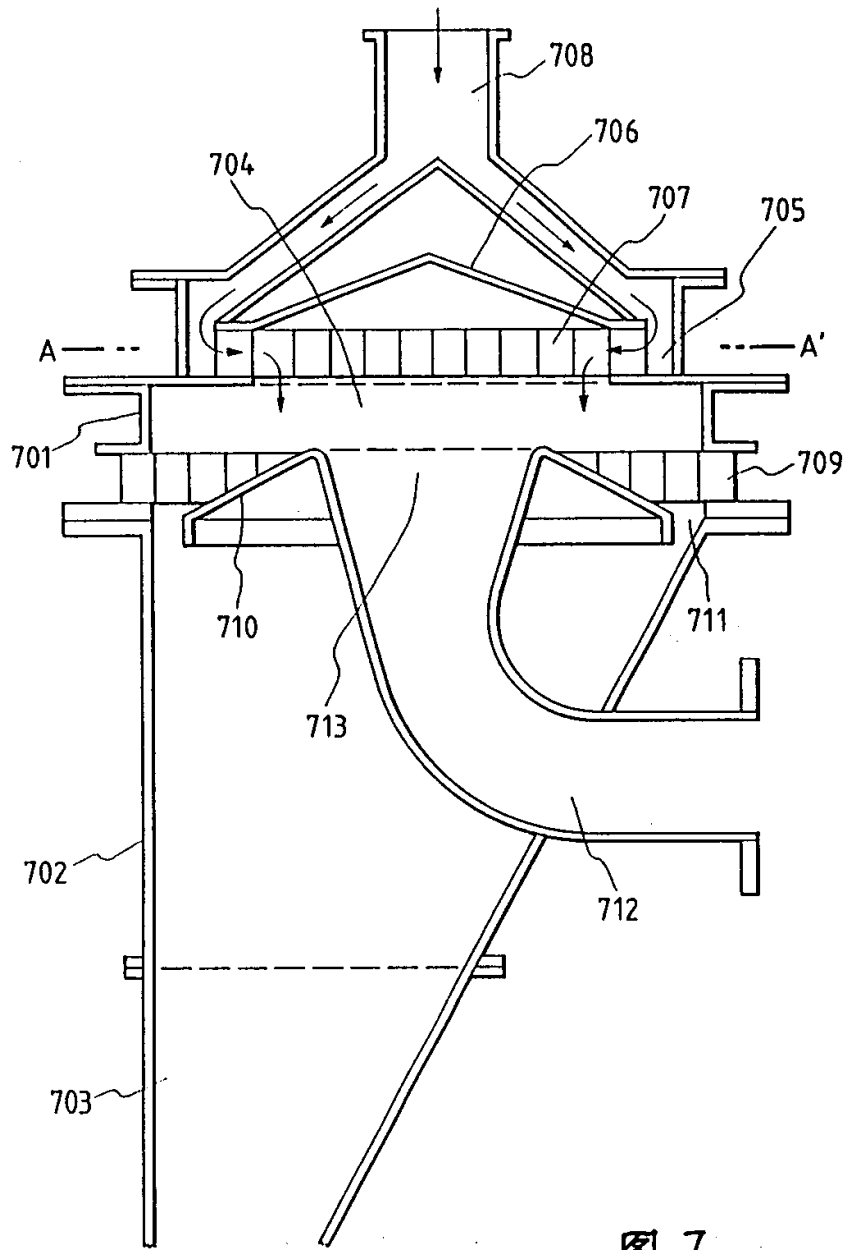


图. 7

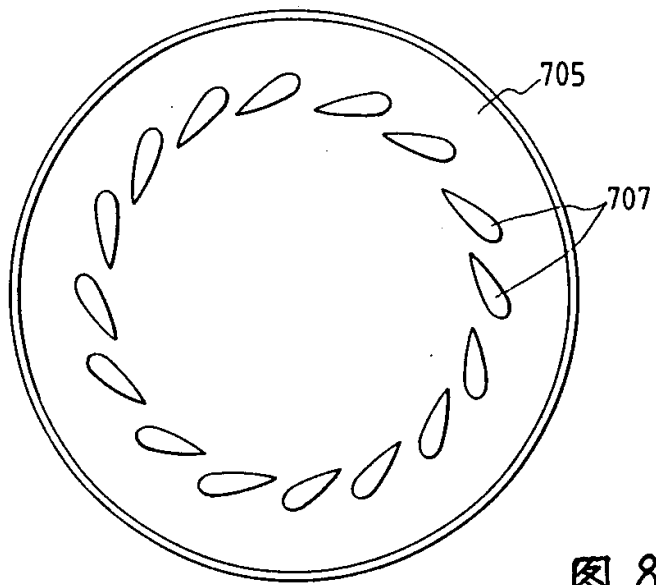


图.8

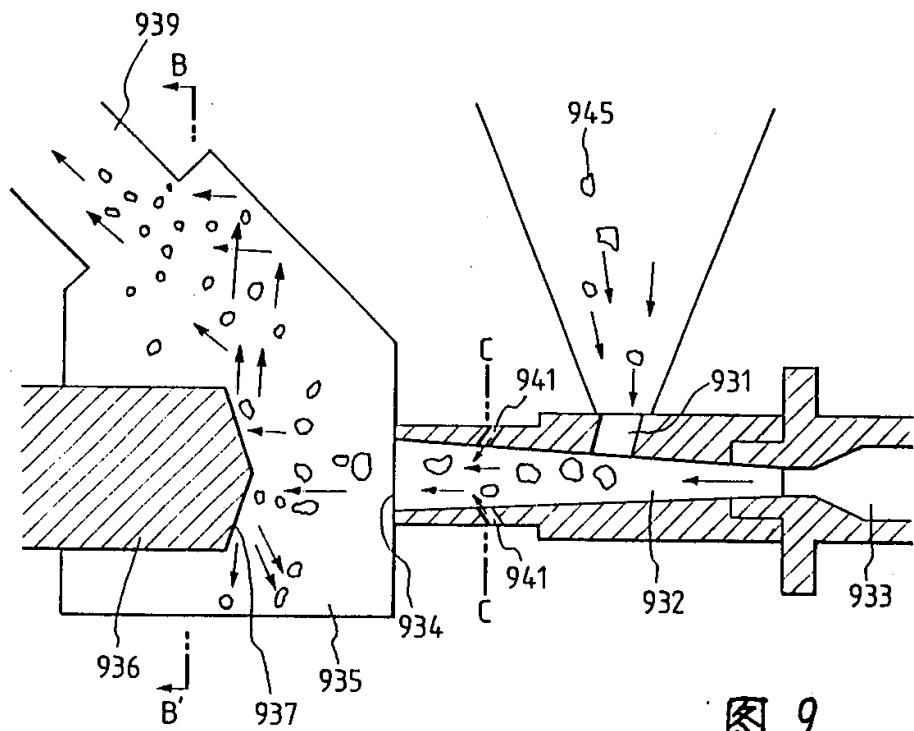


图.9

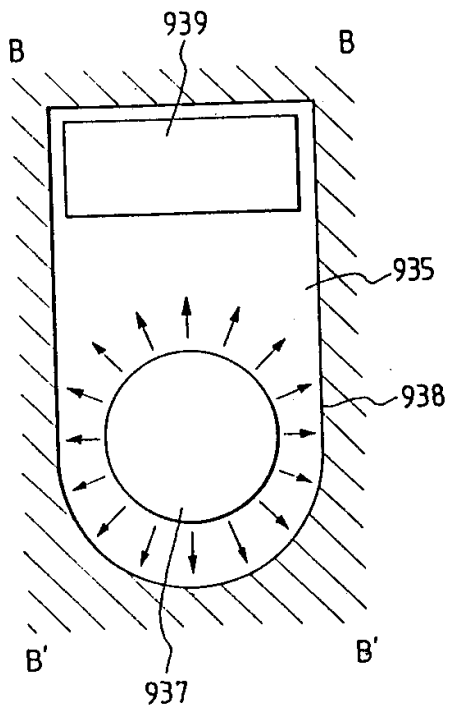


图. 10

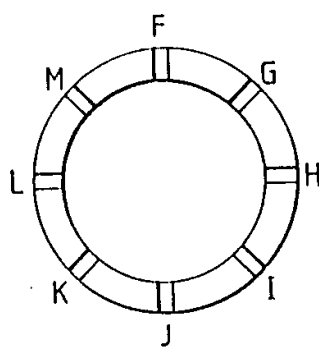


图. 11